

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DERWENT-ACC-NO: 1989-077836
DERWENT-WEEK: 198911
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Adsorbent powder for mercury - comprises magnetic metal coated with metal readily forming amalgam, which can be used and regenerated

INVENTOR: HASENPUTSCH, W

PATENT-ASSIGNEE: DEGUSSA AG[DEGS]

PRIORITY-DATA: 1987DE-3729030 (August 31, 1987)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|--------------|------------------|----------|-------|----------|
| DE 3729030 A | March 9, 1989 | N/A | 002 | N/A |
| DE 3729030 C | January 10, 1991 | N/A | 000 | N/A |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO | APPL-DESCRIPTOR | APPL-NO | APPL-DATE |
|-------------|-----------------|----------------|-----------------|
| DE 3729030A | N/A | 1987DE-3729030 | August 31, 1987 |

INT-CL (IPC): A62D003/00; B01J020/28 ; H01F001/00

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3729030A

BASIC-ABSTRACT: Powdered adsorbent for Hg, for collecting residues of metallic Hg and deposition of Hg from solns., consists of a metallic material, in which the individual powder particles are coated with a metal (alloy) which readily forms an amalgam. Pref. the powder consists of Fe coated with Ag, Au or their alloys, pref. in activated form.

USE/ADVANTAGE - The adsorbent can be used for removing Hg as easily as possible, even from points which are difficult to reach, e.g. slits or carpets. Both the adsorbent and the Hg can be recovered and recycled easily by distn.

In an example, Fe grains (0.2mm dia.) were chemically plated with Ag from dil. ammoniacal AgNO₃ soln., the amt. of Ag deposited being 2.4%. 15g of this Ag-plated Fe powder adsorbed 1g Hg and could be picked up completely with a magnet. The Hg could be sepd. completely by careful distn. at ca. 450-500 deg.C, up to max. 600 deg.C. The Ag-plated Fe powder then regained its activity completely and could be re-used.

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3729030C

EQUIVALENT-ABSTRACTS: Powdered adsorbent for Hg, for collecting residues of metallic Hg and deposition of Hg from solns., consists of a metallic material, in which the individual powder particles are coated with a metal (alloy) which readily forms an amalgam. Pref. the powder consists of Fe coated with Ag, Au or their alloys, pref. in activated form.

USE/ADVANTAGE - The adsorbent can be used for removing Hg as easily as possible, even from points which are difficult to reach, e.g. slits or carpets. Both the adsorbent and the Hg can be recovered and recycled easily by distn.

In an example, Fe grains (0.2mm dia.) were chemically plated with Ag from dil. ammoniacal AgNO₃ soln., the amt. of Ag deposited being 2.4%. 15g of this Ag-plated Fe powder adsorbed 1g Hg and could be picked up completely with a magnet. The Hg could be sepd. completely by careful distn. at ca. 450-500 deg.C, up to max. 600 deg.C. The Ag-plated Fe powder then regained its

activity completely and could be re-used. (2pp dwg.No.0/0)

TITLE-TERMS:

ADSORB POWDER MERCURY COMPRISE MAGNETIC METAL COATING METAL READY FORMING
AMALGAM CAN REGENERATE

DERWENT-CLASS: J01 M26 P35 V02

CPI-CODES: J01-D01; M25-G15;

EPI-CODES: V02-A01; V02-A02;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1989-034559

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1989-059439

⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift
⑯ DE 3729030 A1

⑯ Aktenzeichen: P 37 29 030.4
⑯ Anmeldetag: 31. 8. 87
⑯ Offenlegungstag: 9. 3. 89

⑯ Int. Cl. 4:
B01J 20/28

B 01 J 20/06
A 62 D 3/00
H 01 F 1/00
H 01 F 1/06
H 01 F 1/20
// B01J 20/32,
B01D 15/08,
C23C 18/16,
C25D 3/02

DE 3729030 A1

⑯ Anmelder:
Degussa AG, 6000 Frankfurt, DE

⑯ Erfinder:
Hasenpusch, Wolfgang, Dipl.-Chem. Dr., 6450
Hanau, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Quecksilberadsorptionsmittel

Zum Sammeln von metallischen Quecksilberresten auch aus schwer zugänglichen Stellen benutzt man ein pulverförmiges Quecksilberadsorptionsmittel, bestehend aus einem magnetischen Werkstoff, dessen Teilchen mit einem leicht amalgamierenden Metall beschichtet ist. Das Sammeln des Pulvers erfolgt mit einem Magneten.

DE 3729030 A1

Patentansprüche

1. Pulverförmiges Quecksilberadsorptionsmittel zum Sammeln von metallischen Quecksilberresten und Abscheiden von Quecksilber aus Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß das Pulver aus einem magnetischen Werkstoff besteht und die einzelnen Pulverteilchen mit einer Schicht aus leicht amalgamierbaren Metallen oder Metallegierungen überzogen sind.
2. Pulverförmiges Quecksilberadsorptionsmittel nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Pulver aus Eisen besteht.
3. Pulverförmiges Quecksilberadsorptionsmittel nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Schicht aus leicht amalgamierbaren Metallen aus Silber, Gold, Silberlegierungen oder Goldlegierungen besteht.
4. Pulverförmiges Quecksilberadsorptionsmittel nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die amalgamierbare Metallschicht aktiviert ist.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein pulverförmiges Quecksilberadsorptionsmittel zum Sammeln von metallischen Quecksilberresten und zum Abscheiden von Quecksilber aus Lösungen.

Für die Adsorption von metallischen Quecksilberresten existieren eine Reihe von Adsorptionsmitteln, wie Jodkohle, Schwefelblüte oder Zinkpulver.

Aus wässrigen Lösungen kann das Quecksilber durch metallisches Kupfer amalgamiert werden. Das Kupfer muß dabei durch kurzzeitiges Eintauchen in Säure, z. B. verdünnte Salpetersäure, aktiviert werden. Die Adsorption verläuft besser in leicht angewärmerter Lösung. Ähnlich dem Kupfer reagieren Zink, Zinn und Aluminium.

Die entstandenen Amalgame werden üblicherweise zusammengekehrt oder aus Lösungen abfiltriert. Das bereitet jedoch mitunter Schwierigkeiten, dann nämlich, wenn das Quecksilber aus Ritzen oder aus Teppichböden zu entfernen ist.

Es war daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein pulverförmiges Quecksilberadsorptionsmittel zum Sammeln von metallischen Quecksilberresten und zum Abscheiden von Quecksilber aus Lösungen zu finden, daß das Entfernen von Quecksilberresten auch aus schwer zugänglichen Stellen leicht möglich macht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Pulver aus einem magnetischen Werkstoff besteht und die einzelnen Pulverteilchen mit einer Schicht aus leicht amalgamierbaren Metallen oder Metallegierungen überzogen sind.

Vorzugsweise besteht das Pulver aus Eisen und ist mit einer dünnen Silber-, Gold-, Silberlegierungs- oder Goldlegierungsschicht überzogen. Dabei ist es von Vorteil, wenn die amalgamierbare Metallschicht aktiviert ist, beispielsweise durch Einwirkung von Säuren oder Laugen oder durch eine Temperaturbehandlung.

Das Aufbringen des amalgamierbaren Metallüberzugs auf die Pulverteilchen erfolgt mittels bekannter Überzugsverfahren. Vorzugsweise verwendet man stromlose oder galvanische Verfahren.

Überraschenderweise zeigt es sich, daß durch die Amalgamierfähigkeit der Metallschicht des Adsorptionsmittels, vor allem wenn es in feiner Pulver- oder Spanform vorliegt, mehr Quecksilber anlagerbar ist, als es der Löslichkeit des Quecksilbers in der oberflächlich

aufgetragenen Metallschicht entspricht. Es zeigt sich, daß Quecksilbertröpfchen beispielsweise von versilbertem Eisenpulver umschlossen werden. Ein mittlerer Magnet dann reicht aus, um das Quecksilber selbst aus schwer zugängigen Bereichen zu entfernen.

Bei Verwendung von Silber als amalgamierbarem Überzugsmaterial ist es vorteilhaft, es durch Tempern bei ca. 500-700°C zu aktivieren, um bereits bei Raumtemperatur eine rasche Amalgamierung zu erreichen.

Goldüberzüge amalgamieren am besten. Ihr Einsatz ist jedoch mehr noch als beim Silber aus Kostengründen eingeschränkt. Kupfer- und Aluminiumüberzüge funktionieren bei Raumtemperatur kaum. Verzinktes Eisen amalgamiert besonders gut, wenn es durch Voramalgamierung "veredelt" wird. Jedoch bereitet die Wiedergewinnung des Quecksilbers aus Zinkamalgamen Schwierigkeiten, weil das Quecksilber selbst bei Destillationstemperaturen von 800°C und verlängerter Destillationszeit nur unvollständig abgetrennt wird.

Als weiterer Vorteil der Verwendung von versilbertem Eisenpulver ist das leichte Recycling von Adsorptionsmittel und Quecksilber. Durch Destillation in einem Reaktor, in dem das mit Quecksilber beladene Adsorptionsmittel in ständiger Bewegung gehalten wird, kann das Quecksilber in hoher Reinheit zurückgewonnen werden. Das Adsorptionsmittel ist so kaum beeinträchtigt und in aktivierter Form wieder für einen weiteren Adsorptionsvorgang einsetzbar.

Beim Einbringen des erfindungsgemäßen Adsorptionsmittels in quecksilberhaltige Lösungen werden die Quecksilberionen auf der Metalloberfläche reduziert und dann amalgamiert.

Foldende Beispiele sollen die Anwendung des erfindungsgemäßen Quecksilberadsorptionsmittels näher erläutern:

1. Aus einer verdünnten ammoniakalischen Silbernitrat-Lösung wurde das Silber auf Eisenkugeln einer Durchschnittskörnung von 0,2 mm stromlos aufgetragen. Die Analyse ergab eine Silberabscheidung von 2,4%.

15 g dieses versilberten Eisenpulvers adsorbierte 1 g Quecksilber, das mit einem Magneten restlos aufgenommen werden konnte. Nach der vorsichtigen Destillation in einem Labor-Drehrohrofen bei Temperaturen um 450-500°C, zum Schluß bis zu 600°C, konnte das Quecksilber vollständig abgetrennt werden. Das versilberte Eisenpulver hatte anschließend wieder die volle Aktivität und konnte weiterbenutzt werden.

2. Verkupferte Eisenkugeln mit einem Durchmesser um 0,2 mm wurden nach kurzer Aktivierung mit verdünnter Salpetersäure in eine 45°C warme neutrale Quecksilber-Lösung eingerührt. Sie färben sich alsbald dunkel. Mit einem Magneten werden die Adsorptionskugeln am Boden festgehalten und die vom Quecksilber weitgehend befreite Lösung abdekantiert und gewaschen. Das Pulver konnte, wie in Beispiel 1 beschrieben, vom Quecksilber abgetrennt werden.